

PROCESS FOR CONCENTRATING SPECIMENS BY EVAPORATION OF THE SOLVENT WITH A CENTRIFUGAL EVAPORATOR-CONCENTRATOR

Patent number: DE4008945

Publication date: 1990-09-27

Inventor: GUY JEAN LUC (FR); SERVEAU MICHEL (FR)

Applicant: JOUAN (FR)

Classification:

- international: *B01D1/00; B01D1/14; B01D3/08; B01D3/10; G01N1/40; G01N35/00; B01D1/00; B01D3/00; B01D3/10; G01N1/40; G01N35/00; (IPC1-7): B01D1/00; B04B5/04; G01N1/28*

European: B01D1/00B2; B01D1/14; B01D3/08; B01D3/10

Application number: DE19904008945 19900320

Priority number(s): FR19890003627 19890320

Also published as:

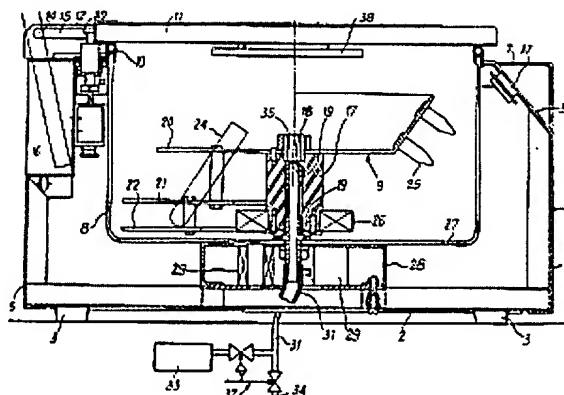
US5084133 (A1)
GB2230203 (A)
FR2644356 (A1)
CH682458 (A5)
IT1240608 (B)

Report a data error here

Abstract not available for DE4008945

Abstract of corresponding document: **US5084133**

The centrifugal evaporator-concentrator comprises a central tubular pivot (18) surmounted by a nozzle (35) and constituting the pivot axis of a rotor (9) rotating in a vessel (8) closed by a cover (11). With the rotor rotating in the partial vacuum created by a vacuum pump (33), a small quantity of gas or air is temporarily and periodically admitted into the vessel, this gas being heated by a heating resistor (38) inside the vessel for the purpose of heating by conduction the specimens to be concentrated and of accelerating the rate of evaporation.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 **Offenlegungsschrift**
①1 **DE 4008945 A1**

⑤ Int. Cl. 5:
G01N 1/28
B 01 D 1/00
B 04 B 5/04

②1 Aktenzeichen: P 40 08 945.2
②2 Anmeldetag: 20. 3. 90
④3 Offenlegungstag: 27. 9. 90

DE 4008945 A1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
20.03.89 FR 89 03627

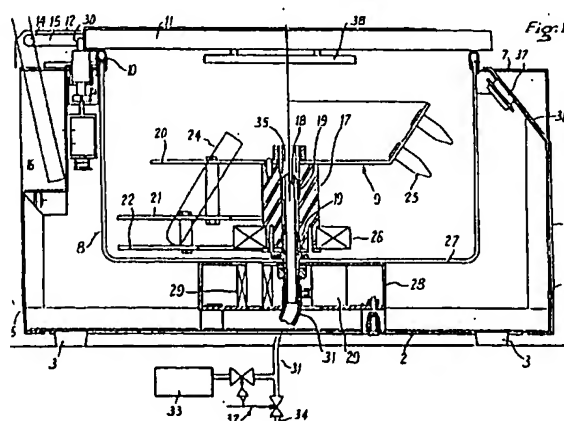
⑦1 Anmelder:
Jouan S.A., Saint Nazaire, FR

⑦4 Vertreter:
Boeters, H., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Bauer, R.,
Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦2 Erfinder:
Guy, Jean Luc, Massy, FR; Serveau, Michel, Le
Pecq, FR

⑤4 Verfahren zum Aufkonzentrieren von Proben durch Abdampfen von Lösungsmittel und Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge für die Ausführung dieses Verfahrens

Die Eindampf-Konzentrator-Zentrifuge weist ein zentrales, auf der Drehachse befindliches Rohr (18) auf, das mit einer Düse oder Öffnung (35) verbunden ist und die Drehachse des Rotors (9) bildet, der sich in dem durch den Deckel (11) verschlossenen Behälter (8) dreht. Der Rotor dreht sich in einem partiellen Vakuum, das durch die Vakuumpumpe (33) erzeugt wird; kurzzeitig und periodisch wird eine kleine Menge Gas oder Luft in den Behälter eingelassen, wobei dieses Gas durch einen innerhalb des Behälters befindlichen Widerstand (38) erwärmt wird, um durch Wärmeleitung Wärmeeinheiten auf die einzuengenden Proben zu übertragen, wodurch die Geschwindigkeit des Aufkonzentrierens erhöht wird.



DE 4008945 A1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Aufkonzentrieren von Proben, beispielsweise von biochemischen Proben, durch Abdampfen von Lösungsmittel, wobei dieses Verfahren mit Hilfe einer Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge des Typs durchgeführt wird, der im Inneren eines umschlossenen Raums in Form einer Kammer, in der man ein Vakuum erzeugen kann, einen Rotor mit Probenträgern aufweist, welcher in Rotation versetzt wird, um die Probenlösung durch die Zentrifugalkraft gegen den Boden ihres im Rotor befindlichen Behälters zu drücken, wobei Mittel zum Abziehen der Lösungsmittel-Dämpfe vorgesehen sind, die von den einzuengenden Proben abgezogen werden.

Bei diesen bekannten Vorrichtungen wird der Vorgang des Abdampfens dadurch beschleunigt, daß ein partielles Vakuum erzeugt wird, das die Siedetemperatur der flüssigen Probenlösung erniedrigt. Eine Beheizung durch Strahlung aus einer Wärmequelle, die sich außerhalb der Kammer befindet, erlaubt gleichzeitig die Übertragung von Wärmeeinheiten auf die einzuengende Probe. Die auf den Proben lastende Zentrifugalkraft hat zum Ziel, im Fall des Siedens der Lösungen das Spritzen aus den Probenbehältern oder Reagenzgläsern zu vermeiden.

Eine Ansaugöffnung im Inneren der Kammer ist mit einer Pumpe verbunden, die die Erzeugung eines Unterdrucks in der Kammer bewirkt und gleichzeitig das Absaugen der Lösungsmittel-Dämpfe erlaubt.

Eindampf-Konzentrator-Zentrifugen dieser Art sind beispielsweise in den Patenten US-A 33 04 990 und 42 26 669 beschrieben. Der grundlegende Nachteil dieser bekannten Vorrichtungen liegt in der relativ langen Dauer der Einengungsperiode.

Die vorliegende Erfindung schlägt vor, diesen Nachteil zu beseitigen, und stellt ein Verfahren zum Konzentrieren durch Abdampfen des Lösungsmittel in Konzentratoren-Verdampfer-Zentrifugen zur Verfügung, das eine beträchtliche Verringerung der Dauer des Abdampfens erlaubt.

Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist die Bereitstellung einer Konzentratoren-Verdampfer-Zentrifuge, die die Durchführung dieses Verfahrens erlaubt. Weiterhin ist es Aufgabe der Erfindung, eine solche Konzentratoren-Verdampfer-Zentrifuge zur Verfügung zu stellen, in der man die Erwärmung der einzuengenden Proben während des Betriebs der Vorrichtung sehr viel schneller und viel besser kontrolliert erreichen kann. Weiterhin soll es möglich sein, in einer erfindungsgemäßen Konzentratoren-Verdampfer-Zentrifuge eine gleichmäßige und homogene Zirkulation des Fluxes von Gas und Dampf zu erzielen, die aus der Kammer abgezogen werden müssen.

Außerdem ist es Aufgabe der Erfindung, eine derartige Konzentratoren-Eindampf-Zentrifuge zu verwirklichen, in der die Zahl der rotierenden Bauteile vermindert ist. Ferner ist eine derartige Zentrifuge vorgesehen, deren Platzbedarf deutlich reduziert ist.

Dementsprechend stellt die Erfindung ein Verfahren zum Aufkonzentrieren durch Abdampfen von Lösungsmittel in einer Eindampf-Konzentrator-Zentrifuge zur Verfügung, worin nach Einbringen der Behälter wie z.B. (Reagenz-)Röhrchen oder Proben(gläsern), die die aufkonzentrierenden Probenlösungen enthalten, in den Rotor zunächst, und zwar während die Konzentratoren-Eindampfvorrichtung noch stillsteht, in der den Rotor

enthaltenden Kammer ein partielles Vakuum erzeugt wird, das den Siedepunkt des Lösungsmittels erniedrigt, und der Rotor in Bewegung gesetzt wird, während durch Absaugen die gebildeten Lösungsmitteldämpfe abgezogen werden, dadurch gekennzeichnet, daß man kurzzeitig ein Gas wie z.B. Luft in die Kammer einläßt, und daß man dieses Gas eine Temperatur annehmen läßt, die ausreicht, um auf die aufkonzentrierenden Proben Wärmeeinheiten zu übertragen, worauf das Gas abgezogen wird.

Die Abfolge des Einlassens und Wiederabziehens des Gases wie z.B. Luft in die und aus der Kammer wird mehrere Male und vorzugsweise in periodischer Weise während des Betriebs der Vorrichtung wiederholt.

Das Gas wie z.B. Luft, das gemäß diesem Verfahren in die Kammer eingelassen wird, kann gegebenenfalls vor seinem Eintritt in die Kammer auf eine ausreichend erhöhte Temperatur gebracht worden sein. Es ist jedoch zu bevorzugen, die Erwärmung des Gases im Inneren der Kammer zu bewirken, und zwar vorzugsweise mit Hilfe einer Wärmequelle im Inneren der Kammer. Hierbei werden darüber hinaus auch durch Strahlung aus dieser Quelle Wärmeeinheiten auf die Proben übertragen.

Mit Hilfe der Erfindung wird eine wirkliche Spülung des Rotors und insbesondere der Proben durch das Gas bewirkt, das kurzzeitig und in periodischen Abständen in die Kammer eingelassen wird, wobei das Gas dann sowohl durch Wärmeleitung als auch durch Konvektion Kalorien auf die Proben überträgt, wodurch der Abdampfvorgang beschleunigt und die Gesamtdauer des Einengungsvorgangs verringert wird.

Zwischen zwei aufeinanderfolgenden Gaszuführungen in die Kammer wird das partielle Vakuum in dieser vollständig wiederhergestellt.

In den Vorrichtungen, in denen man im Normalbetrieb ein Vakuum in der Größenordnung von etwa 1 hPa (hPa) im Inneren der Rotorkammer aufrechterhält, herrscht zu der Zeit, in der das Gas in die Kammer eingelassen wird, vorzugsweise ein maximaler Druck im Bereich von etwa 50 bis 500 hPa (hPa).

Die Dauer eines Zyklus, der die Gaszufuhr, den etwaigen Verbleib des Gases in der Kammer und schließlich dessen Evakuierung umfaßt, ist relativ kurz; beispielsweise liegt die Zeitdauer der Gaszufuhr im Bereich von etwa 0,5 bis 20 s, während die Dauer der Evakuierung von der Leistung der Vakuumpumpe abhängt und im allgemeinen länger ist als der Zeitraum der Gaszufuhr. Man kann gegebenenfalls das Gas eine bestimmte Zeit in der Kammer belassen, beispielsweise etwa 1 bis 20 s, bevor es abgezogen wird. Bevorzugt läßt man diese Spülzyklen mit einer Frequenz in der Größenordnung von 10 bis 60 Zyklen pro Stunde ablaufen.

Die Temperatur in der Kammer liegt dann, wenn das Gas erwärmt ist, vorzugsweise in der Größenordnung von etwa 40°C.

In besonders vorteilhafter Weise kann, gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung, das Gas wie z.B. Luft über eine zentrale Öffnung eingeführt und wieder abgezogen werden, die im Bereich der Drehachse des Rotors der Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge angeordnet ist. Die gleiche Öffnung dient vorzugsweise zum Aufbau des Unterdrucks und zur Evakuierung durch Abziehen der Lösungsmitteldämpfe. Auf diese Weise erhält man eine Gasspülung, die wegen des so gebildeten Symmetriezentrums besonders gleichmäßig ist.

Gegenstand der Erfindung ist ferner eine Verdamp-

fer-Konzentrator-Zentrifuge, die insbesondere die Durchführung des genannten Verfahrens ermöglicht und dadurch gekennzeichnet ist, daß sie Mittel aufweist, die das Einführen und Abziehen eines Gases wie z.B. Luft in die Kammer und aus ihr wieder heraus in frei wählbarer Folge und gewünschter Häufigkeit und Frequenz ermöglicht.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform dieser Vorrichtung ist die Öffnung auf der geometrisch gesehen vertikalen Drehachse des Rotors in dem Behälter, der die Rotorkammer bildet, angeordnet. Vorzugsweise wird diese Öffnung durch das Ende eines Rohres gebildet, das durch den Boden des Behälters, der die Rotorkammer bildet, durchtritt, wobei dieses Rohr seinerseits die Drehachse bildet, um die sich der Rotor dreht. In dieser Ausführungsform ist es gleichfalls bevorzugt, daß eine Wärmequelle, beispielsweise ein gegenüber dieser Öffnung und vorzugsweise unter dem die Kammer dicht verschließenden Deckel angeordneter Infrarotstrahler, das Gas, das die Öffnung verläßt, so erwärmt, daß das Gas schnell warm wird und sich in Richtung der Röhrrchen oder Probenbehälter bewegt, die im Rotor angeordnet sind.

Jedoch ist gleichermaßen auch Gegenstand der Erfindung eine Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge, die keine Mittel aufweist, um die Spülung nach dem vorgenannten Verfahren zu ermöglichen, aber ebenfalls die genannte Öffnung besitzt, die auf der geometrisch gesehen vertikalen Drehachse des Rotors angeordnet ist. Der Verdampfer-Konzentrator kann dann einfach betrieben werden, indem man an einen mit der genannten Öffnung verbundenen Rohrstutzen die vorgenannten Mittel zum Einführen und Abziehen des Gases in den gewünschten Zyklen oder Frequenzen anschließt.

Die Öffnung ist mit einer Pumpe verbunden, die den Unterdruck erzeugt, und vorzugsweise ist die Öffnung durch einen dafür tauglichen Rohrstutzen mit einem 3-Wege-Magnetventil verbunden, dessen zweiter Weg zur Vakuumpumpe führt und der dritte, wenn er geöffnet ist, einerseits die Wiederherstellung des Atmosphärendrucks und andererseits die Zufuhr der begrenzten Menge an Luft ermöglicht, die für die Spülung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren notwendig ist.

Man kann dieses 3-Wege-Magnetventil durch zwei 2-Wege-Ventile ersetzen, wobei das eine in der zur Vakuumpumpe führenden Leitung angeordnet ist, während das andere in der zur Gasquelle für die Spülung (beispielsweise der Atmosphäre) führenden angeordnet ist, wobei diese Magnetventile entsprechend allen gewünschten Abfolgen oder Zyklen gesteuert werden.

Man kann jedoch gleichermaßen ein 2-Wege-Magnetventil verwenden, das normalerweise offen ist, um den Atmosphärendruck herzustellen, wobei man in geeigneter Weise eine Steuerung zum Anspringen und Abschalten der Pumpe betätigt.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der Antrieb zur Drehung des Rotors dadurch bewirkt, daß am Rotor in seinem unteren Bereich ein magnetisches Element angebracht ist, beispielsweise eine magnetische Scheibe oder ein solcher Ring, das auf seiner Oberfläche, die zum Boden der Rotorkammer hin gerichtet ist, wechselweise Nord- und Südpole aufweist, wobei dieses Element mit stromgespeisten Magnetspulen zusammenwirkt, die außerhalb der Rotorkammer und gegenüber dem genannten magnetischen Element angeordnet sind, um ein Drehfeld zu erzeugen, das die Rotation des magnetischen Elementes und damit des Rotors bewirkt.

Vorzugsweise detektieren Meßfühler, z.B. Halleffekt-Detektoren, die relative Winkelposition des magnetischen Elements gegenüber den angeregten Magnetspulen und steuern den Wechsel der Zirkulationsrichtung des elektischen Stroms in den verschiedenen Magnetspulen, um alternativ die Anziehung oder die Abstoßung des magnetischen Pols zu bewirken, der sich in ihrem jeweiligen Wirkungsfeld befindet.

Dank dieser Vorrichtung ist jedes Drehelement außerhalb der Rotorkammer überflüssig, und die Magnetspulen können eine relativ geringe Dicke aufweisen, so daß man eine deutliche Verringerung der vertikalen Abmessungen der Vorrichtung erreicht.

Der Deckel, der vorzugsweise aus einem lichtdurchlässigen Material wie z.B. Glas gebildet ist und den Behälter, der die Rotorkammer bildet, zur vollständigen, luftdichten Abdichtung verschließt, wirkt vorzugsweise mit Verriegelungsmitteln zusammen, die eine Verriegelung des Deckels mit Beginn des Betriebs der Vorrichtung sichern, wobei Meßfühler für die Drehgeschwindigkeit des Rotors vorgesehen sind, die die Verriegelungsmittel dann entriegeln, wenn die Geschwindigkeit des Rotors null oder gering geworden ist. Durch die bewirkte mechanische Verriegelung ist es dann unmöglich, den Deckel während des Betriebs der Vorrichtung zu öffnen.

Vorzugsweise ermittelt ein dafür geeigneter Meßfühler die normalerweise geschlossene Stellung des Deckels, um den Start der Vorrichtung zu verhindern, bis der Deckel in die geschlossene Stellung gelangt ist.

Andere Vorteile und Eigenschaften der Erfindung ergeben sich anhand der folgenden Beschreibung, wobei auf folgende Abbildungen Bezug genommen wird:

Fig. 1 stellt die Ansicht eines vertikalen Schnitts, von vorn nach hinten gesehen, durch eine erfindungsgemäße Konzentrator-Eindampf-Zentrifuge dar.

Fig. 2 zeigt eine Ansicht dieses Konzentrators von oben.

Fig. 3 stellt die Ansicht eines horizontalen Schnitts direkt unterhalb des Bodens der Rotorkammer dar.

Fig. 4 stellt eine Vorderansicht des Konzentrators dar.

Fig. 5 zeigt eine Ansicht analog zu Fig. 4, wobei der vordere Teil der Verkleidung abgenommen ist.

Die dargestellte Eindampf-Konzentrator-Zentrifuge weist eine Verkleidung oder Abdeckhaube (1) mit einem Unterteil (2), Füßen (3), Vorder- (4), Hinter- (5) und zwei Seitenflächen (6) und eine Oberseite (7) auf, die eine große, kreisförmige Öffnung besitzt, durch die der obere Rand eines kreisförmigen Behälters aus rostfreiem, unmagnetischem Stahl (8) austritt, in dessen Innerem sich der Rotor (9) dreht. Der Rand der Öffnung des Behälters (8), der einen hermetisch geschlossenen Raum bildet, ist von einer Dichtung (10) umgeben, gegen die sich der aus starkem Glas gebildete Deckel (11) anlegen kann. Der Deckel wird durch zwei parallele, horizontale Schienen (12) geführt und gehalten. Genauer gesagt weist der Deckel (11), der eine rechteckige Form besitzt, vordere Seitenvorsprünge (13) und hintere Seitenvorsprünge (14) auf, die Achsen bilden, um die sich Führungsrollen drehen können und die in den Führungsnuten (15) der Schienen (12) laufen. Der Deckel (11) kann also in den Schienen zwischen seiner Verschußstellung, die in der Fig. 1 dargestellt ist, und einer Freigabestellung, in der die hinteren Vorsprünge (14) in Anlage an die Hinterenden der Schienen (15) gekommen sind, in einer horizontalen Translationsbewegung geführt werden, so daß der Deckel, wenn er diese Stellung erreicht

hat, sich um die durch die (hinteren) Vorsprünge bzw. Zapfen (14) gebildete Achse schwenken läßt, während gleichzeitig die (vorderen) Vorsprünge (13) durch Aussparungen, die in den Oberkanten der Schienen (12) in geeigneter Weise angebracht sind, sich aus letzteren entfernen können.

Man sieht, daß der Teil des Deckels (11), der sich hinter den Vorsprüngen (14) befindet, sich in gekippter Stellung in eine Aussparung (16) der Hinterseite (5) der Verkleidung (1) befinden kann, und dadurch ist der allgemeine Platzbedarf der Vorrichtung verringert.

Der Rotor (9) weist eine Nabe (17) auf, die sich um ein vertikales, auf der Drehachse befindliches Rohr (18) mit dazwischen eingefügten, selbstschmierenden Ringen (19) dreht, wobei der untere Ring (19) auf einer feststehenden, kreisförmigen, im wesentlichen horizontalen Abstützung gleitet, um den Rotor in vertikaler Position zu halten. Die Rotornabe trägt eine bestimmte Anzahl Teller (20, 21, 22), die, wie man der Fig. 2 entnehmen kann, längliche Löcher enthalten, die alle auf gängige Weise so angeordnet sind, daß sie Probengläschen, -träger oder -röhrchen (24, 25) in geneigter Stellung aufnehmen können; diese Anordnung der Probenteller ist gängig und soll hier nicht näher beschrieben werden.

An ihrem unteren Teil trägt die Nabe (17) ein ringförmiges Element (26), das aufeinanderfolgend abwechselnd Nord- und Südpole aufweist, die zum direkt benachbart angeordneten Boden (27) des Behälters (8) hin orientiert sind. Vorzugsweise besitzt das ringförmige Element (26) drei Nordpole und drei Südpole.

Unter dem Boden (27) des Behälters (8) findet sich eine Anordnung zum elektromagnetischen Antrieb (28), das vier ortsfeste Magnetspulen (29) umfaßt, die durch einen Transistor-Kommutatorschalter üblicher Art vom Netz gespeist werden können, wodurch möglich wird, die vier Magnetspulen selektiv und der Reihe nach im gewünschten Drehsinn des Feldes zu steuern. Ferner sind zwei Halleffekt-Meßfühler (nicht dargestellt) in diesem Bereich angeordnet, die die Pole des magnetischen Elements (26) und als Konsequenz daraus die Winkelstellung des Rotors und vorzugsweise ebenfalls seine Geschwindigkeit ermitteln können. Die Meßfühler steuern die Kommutationseinrichtung in an sich bekannter Weise, um die Umkehr der Stromflußrichtung in jeder Magnetspule so zu bewirken, daß abwechselnd eine Anziehung oder ein Abstoßen des magnetischen Pols erfolgt, der sich im Wirkungsfeld der jeweiligen Magnetspule befindet, wodurch man die Drehung des Rotors mit einer beliebigen Geschwindigkeit in der Größenordnung von etwa 1500 Drehungen/min erreichen kann. Es ist ersichtlich, daß die Magnetspulen (29) nur sehr geringe vertikale Abmessungen besitzen; man erreicht dadurch bei einer normalen Kammerhöhe und dementsprechend einem normalen Rotor Abmessungen der Vorrichtung, die in der Senkrechten stark verringert sind.

Um die Verriegelung des Deckels zu sichern, gelangt ein Gleitzapfen (30), der durch eine geeignete Magnetspule bewegt wird, hinter die hintere Kante des Deckels (11), wenn sich dieser in der Verschlussstellung befindet und die Vorrichtung in Betrieb genommen wird. Der Zapfen (30) sichert dadurch die Blockierung des Deckels, der nicht mehr nach hinten wegleiten kann, während er andererseits durch einen geeigneten Deckelanschlag oder -stopper daran gehindert wird, sich gegen das Vorderende der Schienen (12) hin zu bewegen. Andererseits ermöglicht ein Meßfühler, daß der richtige Verschluss des Deckels sichergestellt ist, bevor der Ro-

tor die Drehbewegung aufnehmen darf.

Für die Sicherheit im Moment des Abschaltens wird die Stromzufuhr der Magnetspule, die den Zapfen (30) in seiner oberen Verschlussstellung hält, der Messung der Drehgeschwindigkeit des Rotors (9) untergeordnet, wobei diese Geschwindigkeit beispielsweise durch Hall-Meßfühler ermittelt werden kann, so daß der Zapfen (30) in seiner Verriegelungsstellung bleibt, solange die Rotorgeschwindigkeit nicht beinahe oder tatsächlich null geworden ist.

Das in der Drehachse befindliche Rohr (18) tritt unter Mitwirkung einer kreisförmigen Dichtung druckdicht durch den Boden (27) der Rotorkammer, und es verläuft bis in das Innere der Anordnung (28), wo es mit einem biegsamen Rohr (31) verbunden ist, das in ein Magnetventil-System (32) mit drei Wegen mündet, das, gegebenenfalls unterbrochen durch Anordnungen wie z.B. Lösungsmittelfallen und Fallen für Säuren, auf einem Weg mit der Vakuumpumpe (33) und auf einem anderen Weg (34) mit der Atmosphäre verbunden ist. Wenn der Weg (34) geöffnet ist, gelangt Atmosphärendruck durch die Öffnung oder die Düse (35), durch welche das in der Drehachse befindliche Rohr in die Kammer mündet, in das Innere der Rotorkammer. Wenn der Weg (34) geschlossen ist und der Weg zur Vakuumpumpe (33) geöffnet ist, erzeugt diese in der Rotorkammer, die durch den Behälter gebildet wird, das erforderliche partielle Vakuum. Man kann vorzugsweise das Antriebsmittel der Vakuumpumpe (33) durch ein Relais betätigen, das ab einer bestimmten Geschwindigkeit des Rotors eingeschaltet wird, beispielsweise bei etwa 600 Umdrehungen pro Minute, und das sich abschaltet, wenn die Rotorgeschwindigkeit unter etwa 500 Umdrehungen/min absinkt.

Der Betrieb der dargestellten Konzentratoren-Dampf-Zentrifuge kann vorzugsweise mit Hilfe eines gängigen Tastenfeldes (36) erfolgen, dessen Tasten einen Mikroprozessor (37) ansteuern, der die Funktionen zum Betreiben der Vorrichtung überwacht.

Ein Heizwiderstand (38) ist an der Unterseite des Deckels (11) angebracht und wird in geeigneter Weise durch Leitungsdrähte, die durch den Deckel hindurchtreten, von außen gespeist.

Der Mikroprozessor steuert insbesondere die folgenden Funktionen:

- die allgemeine elektrische Versorgung der Vorrichtung
- den Meßfühler für die Stellung des Deckels
- die Stellung des Verriegelungszapfens
- die Versorgung der Magnetspulen
- die Überwachung der Rotorgeschwindigkeit
- die Aufheizung durch den Widerstand
- das Anhalten und das Inbetriebsetzen der Vakuumpumpe
- die Betätigungen des oder der Magnetventile.

Der Betrieb erfolgt in folgender Weise:

Der Benutzer programmiert mit Hilfe des Tastenfeldes (37) die Dauer eines Arbeitszyklus der Vorrichtung in Abhängigkeit vom Volumen und der Art der Lösungsmittel der einzudampfenden Probenlösung. Die Dauer eines Arbeitszyklus läßt sich z.B. zwischen 1 und 999 Minuten programmieren. Eine Taste STOP kann jedoch das manuelle Anhalten zu jedem beliebigen Zeitpunkt erlauben. Der Benutzer programmiert ferner vom Tastenfeld aus die Intensität der thermischen Aufwärmung des Widerstands (38) durch Programmierung der einzuspeisenden elektrischen Leistung. Er entscheidet zum

anderen mit Hilfe des Tastenfeldes (37), ob der Betrieb mit oder ohne periodische Luftspülung erfolgen soll. Wenn er die Spülung wählt, wird er beim Programmieren der Dauer des Arbeitszyklus berücksichtigen, daß sich diese beim Einsatz der Spülung abkürzt.

Wenn er die Proben enthaltenden Probenbehältnisse in den Rotor gesetzt hat, schließt er den Deckel (11) und drückt auf eine Taste BETRIEB. Sollte der Deckel (11) mangelhaft geschlossen sein, verhindert der Meßfühler für die Ermittlung der Stellung des Deckels den Start des Zyklus. Wenn der Start zugelassen wird, wird der Zapfen (30) nach oben gedrückt und blockiert den Deckel (11). In diesem Moment werden die Magnetspulen (39) mit Strom versorgt, und der Rotor dreht sich mit steigender Geschwindigkeit. Wenn die Geschwindigkeit die Schwelle von 600 Umdrehungen/min überstiegen hat, wird die Vakuumpumpe (33) durch den Mikroprozessor in Gang gesetzt, während das Magnetventil die Öffnung (34) schließt und stattdessen den Weg öffnet, der zur Vakuumpumpe (33) führt, welche in der Rotorkammer (8) schnell das partielle Vakuum (1 hpa) erzeugt. Während dieser Zeit beginnt die Stromversorgung des Widerstands (38) mit der programmierten Leistung. Der Rotor beendet seine Geschwindigkeitssteigerung normalerweise beim Erreichen von 1500 Drehungen/min, die bis zum Ende des Zyklus beibehalten werden. Wenn der Zyklus beendet ist, wird die Beschikung der Magnetspulen (29) mit Strom derart umgekehrt, daß der Rotor gebremst wird. Desgleichen wird die Stromversorgung des Widerstands (38) unterbrochen. Wenn die Drehgeschwindigkeit des Rotors (19) die Schwelle von 500 Drehungen/min unterschreitet, wird das Pumpenrelais aktiviert, und die Vakuumpumpe stellt ihren Betrieb ein. In diesem Moment öffnet das Magnetventil (32) den Weg (34), und die atmosphärische Luft kann bis zum Druckausgleich einströmen. Es ist jedoch zu bemerken, daß das Magnetventil (32) auch so ausgebildet ist, daß im Fall einer Stromunterbrechung die Öffnung (34) normalerweise geöffnet wird, um das Verspritzen von Lösungsmitteln zu vermeiden, falls der Rotor anhält. Wenn die Geschwindigkeit des Rotors sehr stark abgenommen hat und nur noch in der Größenordnung von einigen Umdrehungen pro Minute liegt, löst die Erfassung dieser so geringen Geschwindigkeit das Zurückspringen des Verriegelungszapfens (30) nach unten aus, so daß der Deckel geöffnet werden kann.

Es sollte klar sein, daß beim Erzeugen des Vakuums die Luft, die sich anfänglich in der Kammer befindet, durch die zentral angeordnete Öffnung (35) angesaugt wird, wodurch die Verteilung des Luftflusses in der Kammer gleichmäßig erfolgt. Ebenso werden die Dämpfe im folgenden durch die Öffnung (35) abgesaugt und können mit viel größerer Wirksamkeit entfernt werden.

Wenn der Benutzer das erfindungsgemäße Spülverfahren programmiert hat, wird die Spülung auf folgende Weise ausgeführt: Wenn das vorgesehene Vakuum durch die Vakuumpumpe (33) hergestellt ist und aufrechterhalten wird, ist die Öffnung (34) geschlossen. Zu dem Zeitpunkt, an dem der Spülzyklus beginnt, dreht sich das Magnetventil (32), der Zugang zur Vakuumpumpe (33) wird gesperrt, und die Öffnung (34) wird für einen kurzen Moment geöffnet. Hierdurch kann eine kleine Menge Luft durch die Leitung (31) in die Rotorkammer eindringen, wobei diese Luftmenge durch die Öffnungsdauer des Wegs (34) bestimmt wird, die beispielsweise in der Größenordnung von einigen Sekunden

den programmiert wird. Die Luft, die in die Rotorkammer eindringt, tritt axial durch die Öffnung oder Düse (35) aus und wird vorzugsweise gegen den Widerstand (38) geblasen, wo sie schnell aufgewärmt wird und von wo sie sich mit etwa gleichmäßiger Winkelgeschwindigkeit in der Kammer verteilt, wo sie mittels Wärmeleitung die Proben in ihren Probenbehältern (24, 25) aufwärmt. Wenn die gewünschte Luftmenge zugesetzt ist, wird die Öffnung (34) wieder geschlossen, und der Weg zur Vakuumpumpe wird geöffnet, so daß die Luft und die freigesetzten Dämpfe durch die Öffnung (35) in umgekehrter Richtung angesaugt und abgezogen werden. Man könnte selbstverständlich in gleicher Weise zwei Magnetventile mit jeweils zwei Wegen einsetzen, um eine bestimmte Zeit zwischen dem Schließen der Öffnung (34) und dem Öffnen des Weges, der zur Pumpe (33) führt, verstreichen zu lassen und während dieser Zeit den Rotor in der zugesetzten Spülmenge Luft sich drehen lassen.

Die Gesamtdauer des Spülzyklus liegt vorzugsweise in der Größenordnung von einigen Sekunden bis zum Zehnfachen von einigen Sekunden, und die Frequenz dieser Zyklen liegt vorzugsweise in der Größenordnung von etwa 10 bis etwa 60 pro Stunde.

Man erreicht infolge der so durchgeführten Spülungen eine Senkung der Gesamtdauer des Betriebs der Vorrichtung in der Größenordnung von 10 bis 60%, je nach Fall.

Es sollte klar sein, daß der Gegenstand der Erfindung in vielfacher Weise abgewandelt werden kann. Unter Umständen kann der vorgesehene Mikroprozessor (37) wegfallen, und die einzelnen Arbeitsgänge werden von Hand durchgeführt werden. Im Einzelfall kann man auch ein Zweiwege-Ventil verwenden, wobei die Abzweigung zur Vakuumpumpe (33) immer offen bleibt.

Die Offenbarung umfaßt auch den korrespondierenden französischen Text.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufkonzentrieren durch Abdampfen von Lösungsmitteln in einer Eindampfkonzentrator-Zentrifuge, worin man nach Einführen der Behälter wie z.B. (Reagenz-)Röhrchen oder Proben(gläsern) (24, 25), die die aufzukonzentrierenden Probenlösungen enthalten, in den Rotor (9) zu Beginn, und zwar während die Konzentrator-Eindampfvorrichtung stillsteht, in der den Rotor enthaltenden Kammer (8) ein partielles Vakuum erzeugt, das den Siedepunkt des Lösungsmittels erniedrigt, und man den Rotor in Bewegung setzt, während man durch Absaugen die gebildeten Lösungsmitteldämpfe abzieht, dadurch gekennzeichnet, daß man kurzzeitig ein Gas wie z.B. Luft in die Kammer (8) einläßt, und daß man dieses Gas eine Temperatur annehmen läßt, die ausreicht, um auf die aufzukonzentrierenden Proben durch Gasspülung Wärmeeinheiten zu übertragen, worauf das Gas abgezogen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das in die Kammer eingelassene Gas im Inneren der Kammer erwärmt wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck des Gases, das in die Kammer eingelassen wird, einen Wert zwischen etwa 50 und 500 hpa aufweist.
4. Verfahren nach einem beliebigen der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Dauer

eines Zyklus', der die Zuführung des Gases, das fakultative Verbleiben des Gases und schließlich dessen Abziehen umfaßt, in der Größenordnung von einigen Sekunden bis zum Zehnfachen von einigen Sekunden liegt.

5. Verfahren nach einem beliebigen der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz der Gasspülzyklen in der Größenordnung von etwa 10 bis 60/h liegt.

6. Verfahren nach einem beliebigen der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gas durch eine Düse oder eine Öffnung eintreten und austreten läßt, die auf der Drehachse des Rotors der Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge oder im Bereich dieser Drehachse zentral angeordnet ist.

7. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge für die Durchführung eines Verfahrens nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß sie Mittel aufweist, die das Einführen und Abziehen eines Gases wie z.B. Luft in die Rotorkammer (8) und aus ihr wieder heraus in frei wählbarer Folge und gewünschter Häufigkeit und Frequenz ermöglicht.

8. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnung oder Düse für das Einlassen und Abziehen des Gases und der Dämpfe (35) auf der geometrisch gesehen im wesentlichen vertikalen Drehachse des Rotors (9) in dem Behälter (8), der die Rotorkammer bildet, oder im Bereich dieser Drehachse angeordnet ist.

9. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge des Typs, der einen Behälter umfaßt, in welchem man ein Vakuum erzeugen kann und in dem sich eine Rotor-Zentrifuge dreht, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnung oder Düse zum Einlassen und Abziehen des Gases und der Dämpfe (35) auf der geometrisch gesehen im wesentlichen vertikalen Drehachse des Rotors (9) in dem Behälter (8), der die Rotorkammer bildet, oder im Bereich dieser Drehachse angeordnet ist, wobei diese Öffnung so angeordnet ist, daß sie mit Mitteln verbunden werden kann, die das Einlassen und Abziehen eines Gases wie z.B. Luft in die Kammer (8) und aus ihr wieder heraus in frei wählbarer Folge und gewünschter Häufigkeit und Frequenz ermöglicht.

10. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem der Ansprüche 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß die genannte Öffnung (35) durch das Ende eines Rohres (18) gebildet wird, das durch den Boden des Behälters, der die Rotorkammer bildet, durchtritt und die Drehachse bildet, um die sich der Rotor (9) dreht.

11. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem beliebigen der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß sie einen Heizwiderstand (38) unterhalb des Deckels (11) aufweist, der die Kammer verschließt.

12. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem beliebigen der Ansprüche 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Rotor in seinem unteren Bereich ein magnetisches Element (26) aufweist, das auf der Seite, die gegen den Boden der Rotorkammer gerichtet ist, abwechselnd Nord- und Südpole aufweist, wobei dieses Element mit Magnetspulen (29) zusammenwirkt, die außerhalb der Rotorkammer und gegenüber dem magnetischen Element angeordnet sind, um ein Drehfeld zu erzeugen, das die Rotation des magnetischen Elements und des Rotors bewirkt.

gen, das die Rotation des magnetischen Elements und des Rotors bewirkt.

13. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß Meßfühler die relative Position des magnetischen Elements (26) gegenüber den Magnetspulen (29) ermitteln und die Umkehr der Zirkulationsrichtung des elektrischen Stroms steuern, um abwechselnd die Anziehung und Abstoßung des magnetischen Pols zu bewirken, der sich in ihrem jeweiligen Wirkungsfeld befindet.

14. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem beliebigen der Ansprüche 7 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Einlaß- und Absaugöffnung (35) mit Hilfe der Steuerung durch ein 3-Wege-Magnetventil (32) zum einen mit der Atmosphäre (34) und zum anderen mit einer Vakuumpumpe (33) verbunden ist.

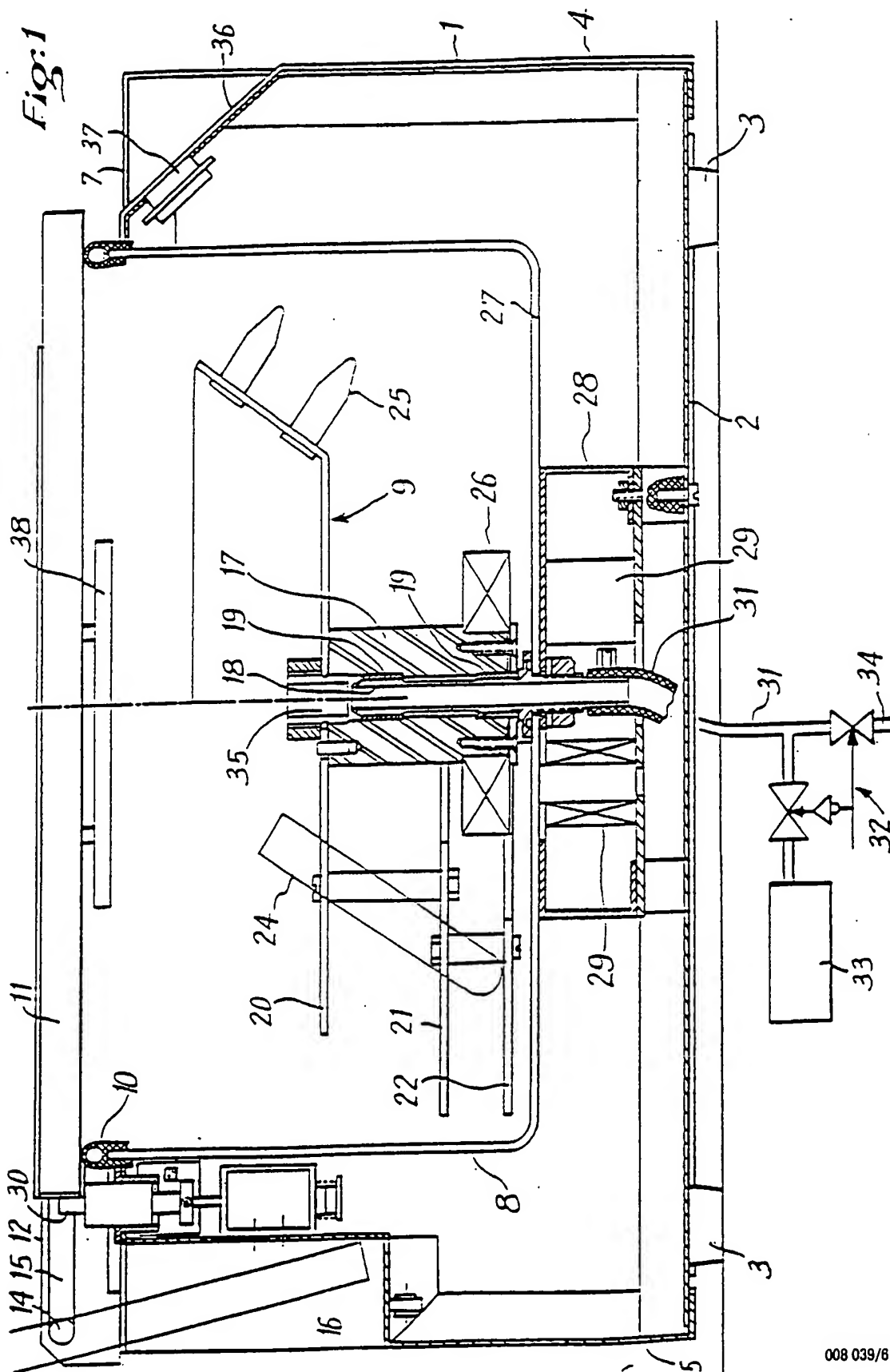
15. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem beliebigen der Ansprüche 7 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß sie einen Deckel (11) aufweist, welcher mit Verriegelungsmitteln (30) zusammenwirkt, die eine Verriegelung des Deckels von Betriebsbeginn der Vorrichtung an sichern, wobei die Drehgeschwindigkeit des Rotors detektierende Mittel vorgesehen sind, um die Verriegelungsmittel zu entriegeln, wenn die Drehgeschwindigkeit des Rotors Null oder nur noch gering geworden ist.

16. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach dem voranstehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß ein Meßfühler die übliche Verschlussstellung des Deckels überwacht, um den Start der Vorrichtung solange zu verhindern, bis sich der Deckel in der Verschlussstellung befindet.

17. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem der Ansprüche 15 oder 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Deckel (11) innerhalb einer horizontalen Ebene durch Schienen (12) in einer Translations-Bewegung bis zu einer Freigabestellung geführt wird, in der er um eine Achse gekippt werden kann, die durch in einer mittleren Position des Deckels befindliche Zapfen (14) gebildet wird, wodurch eine Verminderung des Platzbedarfs bewirkt wird.

18. Verdampfer-Konzentrator-Zentrifuge nach einem beliebigen der Ansprüche 7 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Betätigungstastatur (36) besitzt, die mit einem Mikroprozessor (37) verbunden ist, welcher die Programmierung und die Durchführung der Arbeitsabläufe der Vorrichtung, der Erwärmung und der Spülung durch Einlassen und Abziehen von Gas erlaubt.

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen



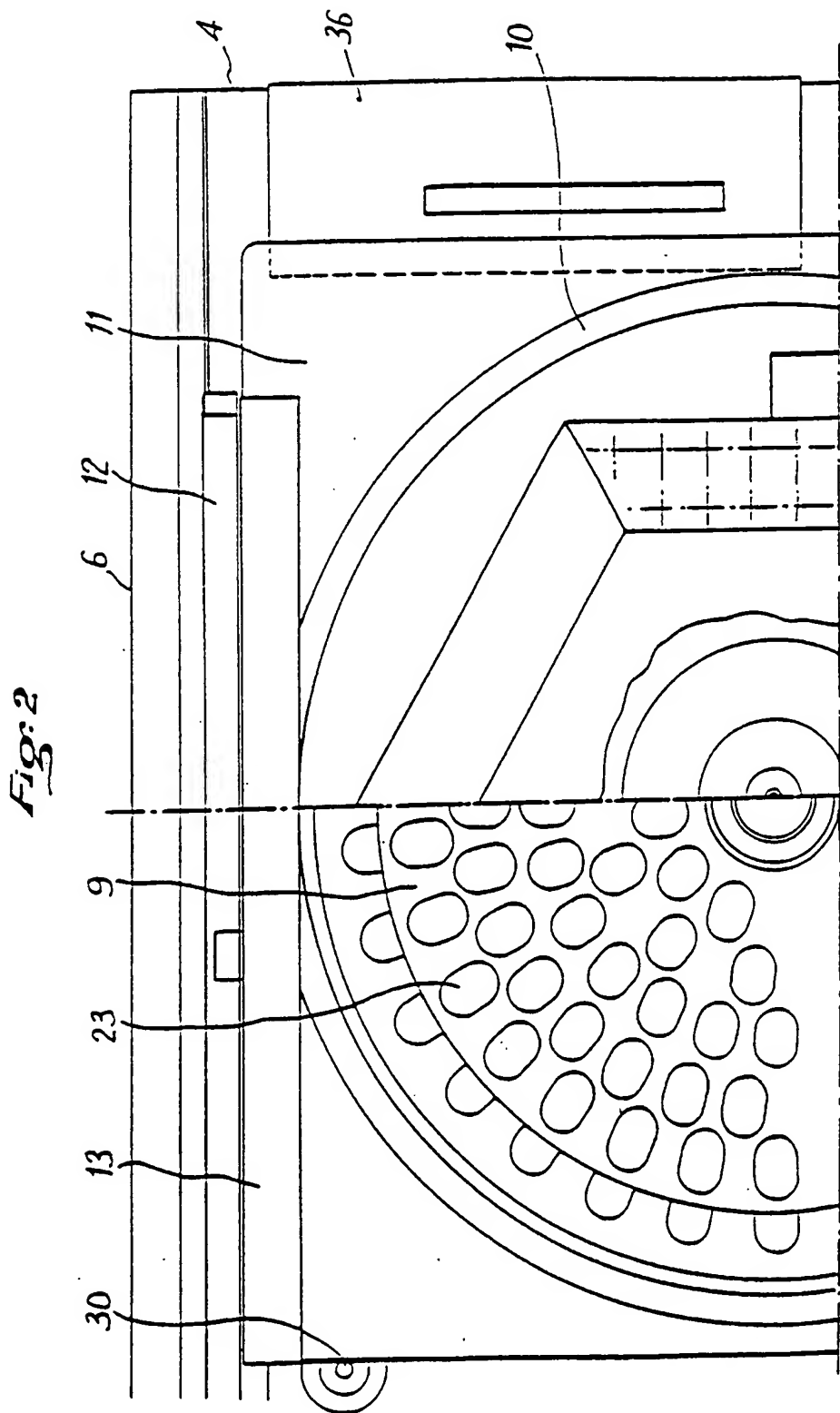


Fig. 3

